

DOCKET NO.: 258970US0X PCT

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

IN RE APPLICATION OF: Nozomu SUGO, et al.

SERIAL NO.: NEW U.S. PCT APPLICATION

FILED: HEREWITH

INTERNATIONAL APPLICATION NO.: PCT/JP03/05091

INTERNATIONAL FILING DATE: April 22, 2003

FOR: METHOD FOR MANUFACTURING ACTIVATED CARBON, POLARIZABLE ELECTRODE, AND ELECTRIC DOUBLE-LAYERED CAPACITOR

REQUEST FOR PRIORITY UNDER 35 U.S.C. 119
AND THE INTERNATIONAL CONVENTION

Commissioner for Patents
Alexandria, Virginia 22313

Sir:

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicant claims as priority:

<u>COUNTRY</u>	<u>APPLICATION NO</u>	<u>DAY/MONTH/YEAR</u>
Japan	2002-119430	22 April 2002
Japan	2002-166260	06 June 2002
Japan	2002-177901	19 June 2002
Japan	2002-201312	10 July 2002

Certified copies of the corresponding Convention application(s) were submitted to the International Bureau in PCT Application No. PCT/JP03/05091. Receipt of the certified copy(s) by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.

Respectfully submitted,
OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,
MAIER & NEUSTADT, P.C.



Norman F. Oblon
Attorney of Record
Registration No. 24,618
Surinder Sachar
Registration No. 34,423

Customer Number

22850

(703) 413-3000
Fax No. (703) 413-2220
(OSMMN 08/03)

BEST AVAILABLE COPY

Rec'd PCT/PTO 28 SEP 2004
PCT/JP03/05091

日本国特許庁 22.04.03
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出願年月日
Date of Application:

2002年 7月10日

REC'D 13 JUN 2003

WIPO PCT

出願番号
Application Number:

特願2002-201312

[ST.10/C]:

[JP 2002-201312]

出願人
Applicant(s):

クラレケミカル株式会社
鹿島石油株式会社
本田技研工業株式会社

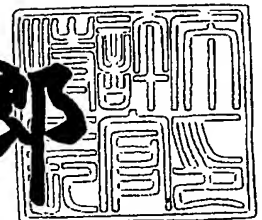
**PRIORITY
DOCUMENT**

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2003年 5月27日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

太田信一郎



出証番号 出証特2003-3039509

BEST AVAILABLE COPY

【書類名】 特許願

【整理番号】 K01671NP00

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 C01B 31/08
C01B 31/12

【発明者】

 【住所又は居所】 岡山県倉敷市酒津 1 6 2 1 番地 株式会社クラレ内

 【氏名】 諸富 達夫

【発明者】

 【住所又は居所】 岡山県倉敷市酒津 1 6 2 1 番地 株式会社クラレ内

 【氏名】 北村 隆範

【発明者】

 【住所又は居所】 岡山県倉敷市酒津 1 6 2 1 番地 株式会社クラレ内

 【氏名】 小若 毅

【発明者】

 【住所又は居所】 岡山県倉敷市酒津 2 0 4 5 番地の 1 株式会社クラレ内

 【氏名】 岩崎 秀治

【発明者】

 【住所又は居所】 岡山県備前市鶴海 4 3 4 2 クラレケミカル株式会社内

 【氏名】 岡田 輝弘

【発明者】

 【住所又は居所】 茨城県鹿島郡神栖町東和田 4 番地 鹿島石油株式会社内

 【氏名】 河淵 祐二

【発明者】

 【住所又は居所】 埼玉県和光市中央 1 丁目 4 番 1 号 株式会社本田技術研究所内

 【氏名】 藤野 健

【特許出願人】

 【識別番号】 390001177

【氏名又は名称】 クラレケミカル株式会社

【代表者】 佐藤 正見

【特許出願人】

【識別番号】 000181343

【氏名又は名称】 鹿島石油株式会社

【代表者】 高橋 雅博

【特許出願人】

【識別番号】 000005326

【氏名又は名称】 本田技研工業株式会社

【代表者】 吉野 浩行

【代理人】

【識別番号】 100095588

【弁理士】

【氏名又は名称】 田治米 登

【代理人】

【識別番号】 100094422

【弁理士】

【氏名又は名称】 田治米 恵子

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 009977

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0209335

【包括委任状番号】 0209334

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 活性炭の製造方法及び炭素質材料の処理方法

【特許請求の範囲】

【請求項1】 炭素質材料とアルカリ金属水酸化物とを固体状態を保ったまま混合処理し、得られた混合物を以下の式(1)

【数1】

$$Pv < 15 \quad (1)$$

(式中、Pは脱水処理の際の圧力(Torr)であり、vは脱水処理の際の昇温速度(℃/分)である。)

を満足するように脱水処理し、そして得られた脱水処理物を賦活処理することにより活性炭を得ることを特徴とする活性炭の製造方法。

【請求項2】 該脱水処理における脱水処理温度が350℃以下である請求項1記載の活性炭の製造方法。

【請求項3】 該混合処理により得られた混合物を、脱水処理する前に、固体状態を保ったまま造粒処理し、得られた造粒物を請求項1又は2記載の活性炭の製造方法。

【請求項4】 該アルカリ金属水酸化物が、水酸化カリウムである請求項1～3のいずれかに記載の活性炭の製造方法。

【請求項5】 該アルカリ金属水酸化物の含水率が、20重量%以下である請求項1～4のいずれかに記載の活性炭の製造方法。

【請求項6】 該炭素質材料1重量部に対する該アルカリ金属水酸化物の混合割合が、1.2～4重量部である請求項1～5のいずれかに記載の活性炭の製造方法。

【請求項7】 炭素質材料とアルカリ金属水酸化物とを固体状態を保ったまま混合処理し、得られた混合物を以下の式(1)

【数2】

$$Pv < 15 \quad (1)$$

(式中、Pは脱水処理の際の圧力(Torr)であり、vは脱水処理の際の昇温速度(℃/分)である。)

を満足するように脱水処理することを特徴とする炭素質材料の処理方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、活性炭の製造方法、並びに炭素質材料の処理方法に関する。より詳しくは、炭素質材料とアルカリ金属水酸化物との混合物を減圧下で昇温することにより固体状態を保ったまま脱水処理し、脱水処理した後に賦活して活性炭を製造する方法、並びに炭素質材料とアルカリ金属水酸化物との混合物を減圧下で昇温することにより固体状態を保ったまま脱水処理する炭素質材料の処理方法に関する。

【0002】

【従来技術】

活性炭は、触媒や触媒担体用途の他、優れた吸着性能を利用して、空気浄化、溶剤回収、排煙脱硫・脱硝、各種産業排水の処理などの用途に多く使用されている。近年、バックアップ電源、電源として電気二重層キャパシタが注目を集めており、活性炭の電気二重層キャパシタの電極としての性能に着目した開発も広くなされている。活性炭を分極性電極として使用した電気二重層キャパシタは静電容量に優れるため、エレクトロニクス分野の発展と共に、需要も急成長している。また、最近では、従来の小型のメモリーバックアップ電源等の小容量製品に加え、モーター等の補助電源に使われるような大容量製品の開発も行われている。

【0003】

ところで、炭素質材料をアルカリ賦活することにより高表面積の活性炭が得られることは従来から知られており、例えば、特開平1-139865号公報には、炭素繊維を、不活性ガス雰囲気中、アルカリ金属水酸化物の存在下に500℃を超える温度で処理することにより大表面積炭素繊維を製造する方法が開示されている。

【0004】

このような大表面積の活性炭を電気二重層キャパシタの分極性電極に使用する

と、高い静電容量を示すことも明らかにされており、例えば、化学と工業 64 [7] (1990) 音羽、p. 331~335 に、ヤシ殻チャーあるいは石油コークスと過剰の水酸化カリウムを 800℃ 付近の不活性ガス中で熱処理し、高表面積を有する活性炭を製造することが記載されている。また、国際公開 WO 91/12203 公報には、ヤシ殻をアルカリ金属の水酸化物浴中 700℃ 未満で熱処理した高静電容量炭素質素材が開示されている。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、前述した活性炭の製造方法は、溶融状態のアルカリ金属水酸化物中に炭素質材料を投入して製造する方式であるため、製造装置の腐蝕を招き、それに起因して製品活性炭に金属汚染を引き起こすなどの問題を有しており、工業的な実施には不向きである。

【0006】

これを解決する方法として、本出願人は、粉碎した炭素質材料と粒状のアルカリ金属水酸化物とを混合し、高められた温度で造粒を行い、固体状態を保ったまま脱水処理し、しかる後賦活する方法を見出し、先に特願 2002-166260 として特許出願した。この方法は、炭素質材料とアルカリ金属水酸化物との混合物を固体状態を保ったまま脱水処理し、しかる後賦活するという画期的な方法であり、これにより製造装置のアルカリ金属による腐食は大幅に軽減され、アルカリ賦活法による活性炭の工業的製造が現実のものとなった。しかし、固体状態を保ったまま脱水処理するための条件については、非常に狭い条件が採用されるに止まっていた。

【0007】

従って、本発明の目的は、炭素質材料とアルカリ金属水酸化物との混合物を固体状態を保ったまま脱水処理し、しかる後賦活して活性炭を製造する方法であって、固体状態を保ったまま脱水処理できる条件を明確にした製造方法を提供することである。

【0008】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは、上記目的を達成すべく鋭意検討を重ね、炭素質材料とアルカリ金属水酸化物の混合物を脱水処理する際に、その混合物における溶融温度と含水率との間には密接な関係があり、単純に脱水処理のために加熱すると含水率に応じた温度でアルカリ金属水酸化物が溶融してしまうので、脱水処理系内の圧力を大気圧以下の適切な圧力に保ちながら適切な昇温速度で混合物を昇温することにより、余分な水分を水蒸気として系外に放出してアルカリ金属水酸化物の溶融状態を回避して、その混合物を固体状態を保ったまま脱水処理できることを見出し、本発明に至った。

【0009】

即ち、本発明は、炭素質材料とアルカリ金属水酸化物とを固体状態を保ったまま混合処理し、得られた混合物を以下の式（1）

【0010】

【数3】

$$Pv < 15 \quad (1)$$

（式中、Pは脱水処理の際の圧力（Torr）であり、vは脱水処理の際の昇温速度（℃/分）である。）

を満足するように脱水処理し、そして得られた脱水処理物を賦活処理することにより活性炭を得ることを特徴とする活性炭の製造方法を提供する。

【0011】

ここで、上述の活性炭の製造方法は、その賦活処理を実施しない場合にはアルカリ金属水酸化物による炭素質材料の処理方法として好適に利用することができる。従って、本発明は、炭素質材料とアルカリ金属水酸化物とを固体状態を保ったまま混合処理し、得られた混合物を以下の式（1）

【0012】

【数4】

$$Pv < 15 \quad (1)$$

（式中、Pは脱水処理の際の圧力（Torr）であり、vは脱水処理の際の昇温速度（℃/分）である。）

を満足するように脱水処理することを特徴とする炭素質材料の処理方法も提供す

る。

【0013】

【発明の実施の形態】

本発明の活性炭の製造方法は、炭素質材料とアルカリ金属水酸化物とを固体状態を保ったまま混合処理し、得られた混合物を脱水処理し、そして得られた脱水処理物を賦活処理することにより活性炭を得る方法である。

【0014】

まず、本発明の製造方法において使用する原材料について説明する。

【0015】

本発明に使用される炭素質材料の原材料としては、賦活することによって活性炭を形成するものであればとくに制限はなく、植物系、鉱物系、天然素材及び合成素材などから広く選択することができる。具体的には、植物系の原材料として、木材、木炭、ヤシ殻などの果実殻等が挙げられ、鉱物系の原材料として、石油系及び／又は石炭系ピッチ、コークス等が挙げられ、天然素材系原材料として、木綿、麻などの天然繊維、レーヨン、ビスコースレーヨンなどの合成繊維、アセテート、トリアセテートなどの半合成繊維等が挙げられ、そして合成素材系原材料として、ナイロンなどのポリアミド系、ビニロンなどのポリビニルアルコール系、アクリルなどのポリアクリロニトリル系、ポリエチレン、ポリプロピレンなどのポリオレフィン系、ポリウレタン、フェノール系樹脂、塩化ビニル系樹脂等が挙げられる。

【0016】

以上のような原材料から得られる好ましい炭素質材料としては、ピッチ系、アクリロニトリル系などの易黒鉛系炭素質材料が挙げられ、中でもメソフェーズピッチ系炭素繊維が好ましく挙げられる。特に、メソフェーズピッチ系炭素繊維としては、導電性に優れる点から光学的異方性相を50体積%以上、好ましくは80体積%以上含有するピッチ系炭素繊維が好ましい。

【0017】

炭素質材料の形状は限定されるものではなく、粒状、微粉状、繊維状、シート状など種々の形状のものを使用することができる。

【0018】

本発明において、炭素質材料は好ましくは粉碎して使用されるが、アルカリ金属水酸化物とよく混合し、後述する賦活処理を有効に進めるため、長軸方向の最大長さが $500\mu\text{m}$ 以下のものを使用することが好ましく、 $200\mu\text{m}$ 以下のものを使用することがより好ましい。長軸方向の最大長さは、例えば、無作為に抽出した炭素質材料の粉碎物を電子顕微鏡写真を観察することによって確認することができる。粉碎はコーンクラッシャー、ダブルロールクラッシャー、ディスククラッシャー、ロータリークラッシャー、ボールミル、遠心ローラミル、リングロールミル、遠心ボールミルなど公知の粉碎機で行うことができる。

【0019】

本発明に使用されるアルカリ金属水酸化物としては、例えば、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化リチウム、水酸化セシウムなどの粒状物、又はこれらの混合物が挙げられるが、静電容量の大きな炭素質材料を得るには、水酸化ナトリウム及び／又は水酸化カリウムを使用するのが好ましい。これらのアルカリ金属水酸化物は、一般に市販されているものを使用することが可能である。

【0020】

含水量という見地から、このようなアルカリ金属水酸化物としては、 $1\sim 20$ 重量%のものが好ましく、取扱いのし易さの点から $1\sim 10$ 重量%のものがより好ましい。

【0021】

本発明において、アルカリ金属水酸化物は好ましくは粉碎して使用されるが、平均粒子の大きさという見地から、このようなアルカリ金属水酸化物としては、平均粒径 1mm 以下のものが好ましい。粉碎には、炭素質材料の粉碎の際に使用したものと同様の粉碎機を使用することができる。特に、アルカリ金属水酸化物が塊状物である場合は、前記のような粉碎機により粉碎して粒状とすればよい。なお、本発明において、粒状とは、球状、破砕状、粉状などの細粒状態のもの一般を広く意味する。

【0022】

本発明の製造方法においては、まず、以上説明した炭素質材料とアルカリ金属

水酸化物とを混合する。ここで固体状態とは、混合物が固体状態となっていることを意味する。この混合処理時に用いる混合機としては、特に限定されるものではなく、公知の回転容器型混合機や固定容器型混合機などが用いられるが、均一な混合が得られる点で回転容器型混合機を用いるのがよい。

【0023】

混合処理は、通常、アルカリ金属水酸化物が吸湿性であるので、乾燥空気や乾燥窒素などの雰囲気下で吸湿を避けて実施するのが望ましい。混合機の材質は腐食をできるだけ低減させる点からニッケルとするのが好ましい。

【0024】

混合処理温度は特に限定されず、通常は室温下で十分である。

【0025】

混合処理時における炭素質材料に対するアルカリ金属水酸化物の使用量は、あまり少ないと賦活処理が均一かつ十分に行われないうことにより目的とする炭素質材料の性質にばらつきが生じることがあり、また、逆に多すぎる場合には、経済的でなく、賦活が進行しすぎることがあるので、重量割合で炭素質材料1に対して1以上、好ましくは炭素質材料1に対して1.2～4、さらに好ましくは炭素質材料1に対して1.3～3で実施するのがよい。

【0026】

なお、得られた、炭素質材料とアルカリ金属水酸化物との混合物に対しては、そのまま、後述する脱水処理を施してもよいが、脱水処理に先立ち、その固体状態を保ちつつ造粒し（好ましくは球状に造粒し）、その後に脱水処理することが好ましい。造粒することにより、脱水処理における取り扱い性が向上する。

【0027】

ここで、造粒処理時の温度は、混合物の固体状態が保たれることを前提として、80℃以上で行うことが好ましい。より好ましい造粒処理条件としては、造粒処理圧力0.01～300 Torrの減圧下、造粒処理温度120～140℃という条件が挙げられる。このような造粒処理温度に到達するまでの昇温速度は限定されないが、0.1～10℃/分程度で実施すればよい。また、造粒処理は、窒素などの不活性ガスの雰囲気下で行ってもよい。

【0028】

造粒処理時に用いる混合機としては、公知の造粒装置を使用することができ、例えば、ダブルコーン型混合機等で行うことができる。

【0029】

なお、造粒処理により得られる造粒物があまり大きいと、脱水斑が生じたり、混合物の内部まで十分に賦活が行われず、賦活斑が起こることがあるので、最大径50mm以下の大きさとするのが好ましい。また、あまり小さいと、粉化して容器の壁に付着しやすくなり、容器から取り出しにくくなるので、最大径1mm～30mmとするのがさらに好ましい。造粒物の粒径は使用する混合機の回転速度により調節することができる。

【0030】

次に、必要に応じて造粒物とされた、炭素質材料とアルカリ金属水酸化物との混合物を脱水処理する。本発明においては、脱水処理の際に、固体状態を保ったまま脱水可能である処理系内圧力と昇温速度との相関関係を規定する以下の式（1）

【0031】

【数5】

$$Pv < 15 \quad (1)$$

（式中、Pは脱水処理の際の圧力（Torr）であり、vは脱水処理の際の昇温速度（℃／分）である。）

を満足するように脱水処理を行う。式（1）を満足させるように脱水処理する理由は次の通りである。

【0032】

即ち、粉碎した炭素質材料と粒状のアルカリ金属水酸化物との混合物（以下、単に原料と略称する）を、常圧のまま空気あるいは不活性ガスの微量通流下の条件で昇温すると原料の含水率に応じた温度で原料中のアルカリ金属水酸化物が溶融し、原料がスラリー状または液状となってしまう。例えば、大気圧下で昇温した場合、約250℃で原料が湿潤状態となり、相互に付着し始め、やがてスラリー状となってしまう。このような状態は装置のアルカリ腐食という観点から極力

避けなければならない。一方、式(1)を満足させるように脱水処理すると、原料の固体状態を保ったまま、原料中の水分を水蒸気として放出させることができ、その含水率を下げるのが可能となり、結果的に、固体状態を保ちつつ脱水処理することが可能となるからである。

【0033】

具体的には、例えば、 $0.8^{\circ}\text{C}/\text{分}$ の昇温速度で 300°C まで昇温する場合、系内圧力を 10 Torr 以下に保てば、固体状態を保ったまま含水率 0% まで脱水することができる。また、 $2.0^{\circ}\text{C}/\text{分}$ の昇温速度で 300°C まで昇温する場合、系内圧力を 3 Torr 以下に保てば、固体状態を保ったまま含水率 0% まで脱水することができる。なお、昇温速度が $2.0^{\circ}\text{C}/\text{分}$ の時に系内圧力が 10 Torr であれば、 250°C で原料が湿潤状態となり、相互に付着し始め、固体状態を保つことができない。

【0034】

脱水処理における昇温速度は、等速昇温に限らず、上記の関係を満たす限り、系内圧力、昇温速度とも自由に変更することができる。また、脱水中に一定温度で保持した後に昇温を再開することや、一度、温度を下げた後に脱水を再開することも可能である。

【0035】

脱水処理温度は、あまり低すぎると脱水が十分でない傾向があり、また、あまり高すぎると脱水が十分に行われないうちに賦活が起こり、水素・メタン等の可燃性ガスが発生するため、好ましくは $200^{\circ}\text{C}\sim 400^{\circ}\text{C}$ であるが、可燃性ガスを減圧条件下で取り扱う場合は、系外からの酸素の漏れ込みによる発火・爆発などを防止するため、減圧下での脱水処理温度は 350°C 以下とすることが好ましい。それ以上の温度とする場合には、常圧での昇温に切り替えるのが安全上好ましい。減圧下での終了温度に関しては、含水率 0% を達成すれば、特に制限はないが、炭素質材料としてメソフェーズピッチ系炭素繊維を使用する場合は 300°C まで減圧で操作するのが好ましい。

【0036】

脱水処理を行うための装置としては、従来公知の回転式、パドルドライヤ、攪

拌式乾燥機などの減圧乾燥機が採用される。脱水装置の材質は腐食をできるだけ低減させる点からニッケルを主成分とする材質のものを使用するのが好ましい。

【0037】

以上説明したように、本発明においては、混合処理及び脱水処理、必要に応じて混合処理と脱水処理との間で行われる造粒処理の各処理は全て固体状態を保ったままで実施する。かかる処理によって、従来必須であった溶融したアルカリ金属水酸化物を取り扱うことなく、炭素質材料とアルカリ金属水酸化物の混合物は全て固体状態を保ったままで賦活処理に供することができる。なお、固体状態とは、固体状態を保っている限り、混合物の表面が湿潤状態になっていてもよい。

【0038】

次に、炭素質材料とアルカリ金属水酸化物からなる脱水処理物を、窒素、アルゴンなどの不活性ガス中で、バッチ又は連続で賦活処理する。これにより活性炭が得られる。

【0039】

賦活処理の温度は、あまり高すぎると活性炭の表面積は増大するが、例えば電気二重層キャパシタとしたときの静電容量が小さくなり、賦活処理で生成する金属カリウムが蒸発するため、危険性が著しく高くなり、一方、あまり低くすると賦活処理によってガス化され、系外に除去されるべき微細な構造が除去されないため、例えば電極材料として使用した時の電気抵抗が大きくなる。従って、賦活温度は、好ましくは500℃～900℃、より好ましくは550℃～800℃である。

【0040】

以上説明した本発明の活性炭の製造方法から賦活処理を省略すると、炭素質材料の処理方法となる。この炭素質材料の処理方法により得られる脱水処理物は、活性炭の製造原料として有用なものとなる。

【0041】

【実施例】

以下、実施例により本発明を具体的に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

【0042】

参考例

石油の分解残渣を熱処理して得たメトラー軟化点 285°C の光学的異方性ピッチを幅 2 mm のスリット中に直径 0.2 mm の紡糸孔を 1000 個有するノズルを用いてメルトブロー紡糸し、不融化処理及び炭化处理してメソフェーズピッチ系炭素繊維を製造した。

【0043】

温度計を装着した直径 800 mm のステンレス製ダブルコーン型混合機に、前述の方法で作製したメソフェーズピッチ系炭素繊維を長軸方向の最大長さが $200\text{ }\mu\text{ m}$ 以下になるように粉碎した炭素質材料 0.74 kg 及び平均粒径 $100\text{ }\mu\text{ m}$ 以下に粉碎した 95% 水酸化カリウム 1.26 kg を投入し、 3.0 Torr の減圧下、 16 rpm でダブルコーン型混合機を回転させた。メソフェーズピッチ系炭素繊維と水酸化カリウムとの混合物を、室温から $1.0^{\circ}\text{C}/\text{分}$ の速度で昇温し、 130°C まで加熱した後、ダブルコーン型混合機の回転数と減圧条件をこのまま維持しながら冷却し、造粒物を得た。造粒物は 10 mm 以下の大きさであった。

【0044】

実施例1

脱水装置として温度計を装着した直径 400 mm 、長さ 200 mm のニッケル製ロータリーキルンに参考例で得た造粒物 0.5 kg を投入し、圧力を 3 Torr に保ち、 16 rpm で回転させながら室温から $2.0^{\circ}\text{C}/\text{分}$ の速度で 300°C まで昇温し、 300°C 達成後すみやかに圧力、回転速度を保ったまま冷却し、取出した。目視により、造粒物は固体状態を保ったまま脱水されたことが確認できた。

【0045】

実施例2

脱水装置として温度計を装着した内容量 500 ml のパイレックスガラス製ナス型フラスコに参考例を繰り返して得た造粒物 0.2 kg を投入し、圧力を 3 Torr に保ち、 16 rpm で回転させながら、室温から $2.0^{\circ}\text{C}/\text{分}$ の速度で 3

0 0℃まで昇温し、3 0 0℃達成後すみやかに圧力、回転速度を保ったまま冷却し、取出した。実施例 1 と同様、造粒物は固体状態を保ったまま脱水されたことが確認できた。

【0 0 4 6】

実施例 3 ～ 4、比較例 1 ～ 3

系内圧力、昇温速度を表 1 のように変更した以外は実施例 2 と同様な方法により脱水処理を実施した。結果を表 1 に示す。これらの結果から、脱水処理系内圧力と昇温速度を組み合わせることにより、メソフェーズピッチ系炭素繊維と水酸化カリウムとの混合物を固体状態を保ったまま脱水することができることが分かった。

【0 0 4 7】

【表 1】

	系内圧力 [Torr]	昇温速度 [℃/min]	脱水処理中 の状態
実施例 3	1 0	0 . 3	固体状態保持
4	1	1 0	固体状態保持
比較例 1	1 0	2	溶融状態
2	5 2	0 . 5	溶融状態
3	3	8	溶融状態

【0 0 4 8】

【発明の効果】

本発明の活性炭の製造方法によれば、炭素質材料をアルカリ賦活して活性炭を製造するに際し、脱水処理時の処理系内圧力と昇温速度とを所定の関係を満足するようにすると、炭素質材料とアルカリ金属水酸化物の混合物を、固体状態を保ったまま脱水処理することができ、製造装置のアルカリによる腐食を大幅に低減することができる。脱水処理して得た炭素質材料はさらに賦活処理して活性炭とすることができ、触媒、溶剤回収、水処理、電気二重層キャパシタなどの電気材

料等として好ましく使用できる。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 炭素質材料をアルカリ賦活して活性炭を製造するに際し、炭素質材料とアルカリ金属水酸化物との混合物から、装置の腐食が少なく、腐食に起因する金属汚染を回避して活性炭を製造することができる工業的に有利な方法を提供する。

【解決手段】 炭素質材料とアルカリ金属水酸化物とを固体状態を保ったまま混合処理し、得られた混合物を以下の式（1）

【数1】

$$P v < 15 \quad (1)$$

（式中、Pは脱水処理の際の圧力（T o r r）であり、vは脱水処理の際の昇温速度（℃／分）である。）

を満足するように脱水処理し、そして得られた脱水処理物を賦活処理することにより活性炭を得る。

【選択図】 なし

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2002-201312
受付番号	50201010554
書類名	特許願
担当官	第五担当上席 0094
作成日	平成14年 7月16日

<認定情報・付加情報>

【提出日】	平成14年 7月10日
【特許出願人】	
【識別番号】	390001177
【住所又は居所】	岡山県備前市鶴海 4 3 4 2
【氏名又は名称】	クラレケミカル株式会社
【特許出願人】	
【識別番号】	000181343
【住所又は居所】	東京都港区虎ノ門 2 丁目 1 0 番 1 号
【氏名又は名称】	鹿島石油株式会社
【特許出願人】	
【識別番号】	000005326
【住所又は居所】	東京都港区南青山 2 丁目 1 番 1 号
【氏名又は名称】	本田技研工業株式会社
【代理人】	申請人
【識別番号】	100095588
【住所又は居所】	神奈川県川崎市多摩区三田 1 - 2 6 - 2 8 ニューウェル生田ビル 2 0 1 号室 田治米国際特許事務所
【氏名又は名称】	田治米 登
【代理人】	
【識別番号】	100094422
【住所又は居所】	神奈川県川崎市多摩区三田 1 - 2 6 - 2 8 ニューウェル生田ビル 2 0 1 号室 田治米国際特許事務所
【氏名又は名称】	田治米 恵子

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [390001177]

1. 変更年月日	1990年 9月26日
[変更理由]	新規登録
住 所	岡山県備前市鶴海4342
氏 名	クラレケミカル株式会社

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[000181343]

1. 変更年月日

2001年 1月16日

[変更理由]

住所変更

住 所

東京都港区虎ノ門2丁目10番1号

氏 名

鹿島石油株式会社

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000005326]

1. 変更年月日 1990年 9月 6日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都港区南青山二丁目1番1号

氏 名 本田技研工業株式会社

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.